

The Delphion Integrated View

Get Now: ☒ PDF | [More choices...](#)

Tools: Add to Work File: [Create new Work File](#)

View: [INPADOC](#) | Jump to: [Top](#)

[Email this to a friend](#)

Title: JP2000169109A2: REACTION FURNACE FOR GENERATING WATER

Country: JP Japan

Kind: A2 Document Laid open to Public inspection i

Inventor: OMI TADAHIRO;
IKEDA SHINICHI;
KAWADA KOJI;
MORIMOTO AKIHIRO;
MINAMI YUKIO;
MANOHARU L SHURESTA;
TSUBOTA KENJI;
MOTOIDEN AKIO;
HIRAI NOBORU;
KOMEHANA KATSUNORI;

Assignee: FUJIKIN INC
OMI TADAHIRO
[News, Profiles, Stocks and More about this company](#)

Published / Filed: 2000-06-20 / 1998-12-04

Application Number: JP1998000345499

IPC Code: C01B 5/00; B01J 23/42; H01L 21/31; H01L 21/316;

Priority Number: 1998-12-04 JP1998000345499

Abstract: PROBLEM TO BE SOLVED: To improve the safety of a reaction furnace for generating water and to reduce the dead space in the inside space of the reaction furnace main body to miniaturize the reaction furnace main body by completely preventing the generation of ignition of hydrogen or backfire in the inside of a reaction furnace main body for generating water.

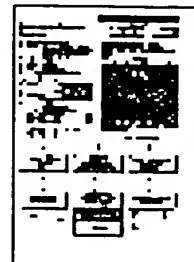
SOLUTION: The reaction furnace for generating water is constituted by an inlet side furnace main body member 1 having a gas supply port 1a, an outlet side furnace main body member having a water gas take-out port 2a, an inlet side reflection body 5 arranged to face a gas supply port in the inside space of reaction furnace main body formed by combining and welding the inlet side furnace main body member with the outlet side furnace main body member to face each other, an outlet side reflection body 6 arranged to face the water gas take-out port 2a in the inside space and a platinum coating catalytic layer 8 formed on the inside wall surface of the outlet side furnace main body member. Water is generated by the reaction of hydrogen with oxygen under a non-combustion condition by allowing hydrogen and oxygen supplied to the inside space of the reaction furnace main body from the gas supply port to contact with the platinum coating catalytic layer 8b to activate the reaction.

COPYRIGHT: (C)2000,JPO

INPADOC Legal Status: None [Get Now: Family Legal Status Report](#)

Family: Show 3 known family members

Other Abstract Info: CHEMABS 133(02)019582C CHEMABS 133(02)019582C DERABS C2000-560445 DERABS C2000-560445



[View Image](#)

1 page



[Nominate](#)

(11)特許出願公開番号

特開2000-169109

(P2000-169109A)

(43)公開日 平成12年6月20日(2000.6.20)

(51) Int.Cl.?

識別記号

FI

テーマコード・(参考)

C 0 1 B 5/00

C O 1 B 5/00

D 4 G 0 6 9

B 0 1 J 23/42

B O I J 23/42

M 5F045

H O 1 L 21/31

H O 1 L 21/31

E 5 F 0 5 8

21/316

21/316

S

審査請求 未請求 請求項の数10 O.L (全 9 頁)

(21)出願番号

特願平10-345499

(22) 出題日

平成10年12月4日(1998.12.4)

(71)出願人 390033857

株式会社フジキン

大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号

(71)出題人 000205041

大見 忠弘

宮城県仙台市青葉区米ヶ袋 2-1-17-301

(72) 発明者 大見 忠弘

宮城県仙台市青葉区米ヶ袋2丁目1番17-301号

(74) 代理人 100082474

弁理士 杉本 丈夫

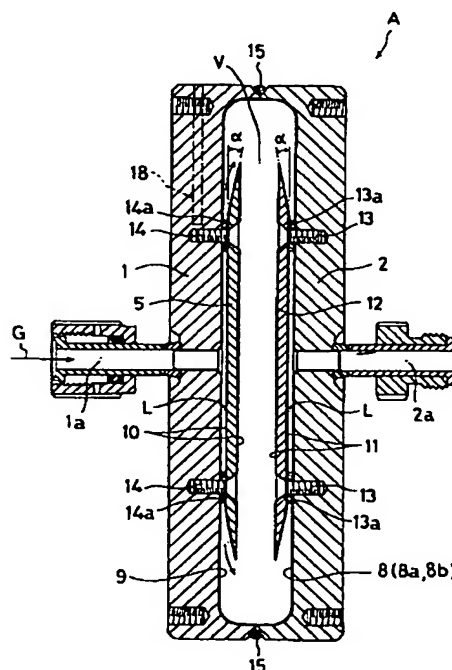
最終頁に絞く

(54)【発明の名称】 水分発生用反応炉

(57)【要約】

【課題】 水分発生用反応炉本体の内部に於ける水素ガスへの着火や逆火の発生及び白金コーティング触媒層の剥離をより完全に防止して、水分発生用反応炉の安全性を一層高めると共に、反応炉本体の内部空間のデッドスペースを少なくして反応炉本体の一層の小形化を図る。

【解決手段】 ガス供給口を有する入口側炉本体部材と、水分ガス取出口を有する出口側炉本体部材と、前記入口側炉本体部材と出口側炉本体部材とを対向状に組合せ溶接して形成した反応炉本体の内部空間内にガス供給口と対向状に配設した入口側反射体と、前記内部空間内に水分ガス取出口と対向状に配設した出口側反射体と、前記出口側炉本体部材の内壁面に形成した白金コーティング触媒層とから形成され、ガス供給口から反応炉本体の内部空間内へ供給した水素と酸素を前記前記白金コーティング皮膜に接触させてその反応性を活性化させることにより、水素と酸素を非燃焼の状態で反応させて水を発生させる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 ガス供給口を有する入口側炉本体部材と、水分ガス取出口を有する出口側炉本体部材と、前記入口側炉本体部材と出口側炉本体部材とを対向状に組合せ溶接して形成した反応炉本体の内部空間内にガス供給口と対向状に配設した入口側反射体と、前記内部空間内に水分ガス取出口と対向状に配設した出口側反射体と、前記出口側炉本体部材の内壁面に形成した白金コーティング触媒層とから形成され、ガス供給口から反応炉本体の内部空間内へ供給した水素と酸素を前記白金コーティング皮膜に接触させてその反応性を活性化させることにより、水素と酸素を非燃焼の状態下で反応させて水を発生させる構成としたことを特徴とする水分発生用反応炉。

【請求項2】 入口側炉本体部材及び出口側炉本体部材の内壁面に底面が平面状の窪部を形成すると共に、前記入口側反射体及び出口側反射体の外周端縁部の炉本体部材の底面と対向する側にテーパ部を形成し、入口側反射体及び出口側反射体を入口側炉本体部材及び出口側炉本体部材へ夫々の底面と隙間を保持した状態で固定するようにした請求項1に記載の水分発生用反応炉。

【請求項3】 前記入口側炉本体部材と入口側反射体と出口側反射体とを非触媒性の材質から形成するようにした請求項1又は請求項2に記載の水分発生用反応炉。

【請求項4】 反応炉本体の内部空間内の白金コーティング触媒層を設けた部分を除くその他の部分に、非触媒性のバリアー皮膜を形成するようにした請求項1、請求項2又は請求項3に記載の水分発生用反応炉。

【請求項5】 バリアー皮膜をTiN、TiC、TiCN、TiAlN、Al₂O₃、Cr₂O₃、SiO₂、CrNの中の何れかから成るバリアー皮膜とした請求項4に記載の水分発生用反応炉。

【請求項6】 ガス供給口を有する入口側炉本体部材と、水分ガス取出口を有する出口側炉本体部材と、前記入口側炉本体部材と出口側炉本体部材とを対向状に組合せ溶接して形成した反応炉本体の内部空間内にガス供給口と対向状に配設した反射体と、前記出口側炉本体部材の内壁面に形成した白金コーティング触媒層とから形成され、ガス供給口から反応炉本体の内部空間内へ供給した水素と酸素を前記白金コーティング皮膜に接触させてその反応性を活性化させることにより、水素と酸素を非燃焼の状態下で反応させて水を発生させる構成としたことを特徴とする水分発生用反応炉。

【請求項7】 入口側炉本体部材及び出口側炉本体部材の内壁面に底面が平面状の窪部を形成し、また、前記反射体の外径を窪部の内径より僅かに小さくすると共に、反射体の外周端縁部の出口側炉本体部材の底面と対向する側にテーパ部を形成し、更に、反射体を出口側炉本体部材へその底面と隙間を保持した状態で固定するようにした請求項6に記載の水分発生用反応炉。

【請求項8】 前記入口側炉本体部材と反射体とを非触媒性の材質から形成するようにした請求項6又は請求項7に記載の水分発生用反応炉。

【請求項9】 反応炉本体の内部空間内の白金コーティング触媒層を設けた部分を除くその他の部分に、非触媒性のバリアー皮膜を形成するようにした請求項6、請求項7又は請求項8に記載の水分発生用反応炉。

【請求項10】 バリアー皮膜をTiN、TiC、TiCN、TiAlN、Al₂O₃、Cr₂O₃、SiO₂、CrNの中の何れかから成るバリアー皮膜薄膜とした請求項8又は請求項9に記載の水分発生用反応炉。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、主として半導体製造装置に於いて利用される水分発生用反応炉の改良に係り、水素への着火や逆火、白金コーティング触媒層の剥離等の発生を完全に防止して、安全性を大幅に高めた水分発生用反応炉に関するものである。

【0002】

【従来の技術】半導体製造に於けるシリコンへの酸化膜付けには、少なくとも1000SCCM（標準状態において1000cc/min）の流量の高純度水分を必要とする。これ等の用途に供するため、本願発明者等は先に図5に示す様な構成の水分発生用反応炉を開発し、特願平9-109989号としてこれを公開している。即ち、図5に於いてAは反応炉本体、1は入口側炉本体部材、1aはガス供給口、2は出口側炉本体部材、2aは水分ガス取出口、3は入口側内部空間、4は出口側内部空間、5は入口側反射体、12は出口側反射体、7は金属フィルター、8は白金コーティング触媒層であり、また、前記白金コーティング触媒層8は、図6に示すように、出口側炉本体部材2の内表面にTiN等のバリアー皮膜8aを設け、その上に、更に白金コーティング皮膜8bを積層固着することにより形成されている。

【0003】水分の発生に際しては、ガス供給口1aから予かじめ所定の混合率で混合されたH₂とO₂の混合ガスGを反応炉本体A内へ供給する。反応炉本体Aの入口側内部空間3内へ供給された混合ガスGは、入口側反射体5及び金属フィルター7によって拡散され、出口側内部空間4内へ流入して白金コーティング皮膜8bと接触することにより、O₂及びH₂の反応性が活性化される。

【0004】白金コーティング皮膜8bとの接触により活性化されたH₂とO₂とは、約400℃～500℃前後の高温下で反応をし、水分ガス（水蒸気）に転換される。また、発生した水分ガス（水蒸気）は、出口側反射体12と出口側炉本体部材2の内表面との間隙しを通過して、水分ガス取出口2aから半導体製造用のプロセスチャンバー（図示省略）等へ供給されて行く。尚、高温下でO₂とH₂とを反応させる水分反応炉本体Aは、その

内部空間3・4内の温度を H_1 又は H_2 含有ガスの発火温度以下の温度に保持することにより、 H_1 と O_2 の爆発的な燃焼反応を防止しつつ適宜の速度で両者を反応させ、所要流量の水分ガスを発生する。

【0005】上記図5の反応炉本体Aは、所要流量の高純度水分を極く小形の反応炉本体でもって連続的に、しかも高反応率の下で簡便に発生させることができ、優れた実用的効用を奏するものである。しかし、図5のような構成の水分発生炉にも未だ解決すべき多くの問題が残されており、その中でも特に解決を急ぐ問題は、 H_1 への着火やガス供給口1aからの逆火をより完全に防止すると共に、局所的な温度の上昇による白金コーティング触媒層8の部分剥離・脱落を皆無にすると云う点である。

【0006】上述したように、水分発生用反応炉本体Aの内部空間内の温度は、 H_1 又は H_2 含有ガスの最低限界着火温度(約560℃、 H_1 と O_2 の混合率に応じて限界着火温度は約560℃より上昇する)よりも相当に低い約450℃～500℃の温度に保持されており、 H_1 と O_2 の爆発的な燃焼反応は抑制されるようになっている。しかし、水分発生用反応炉Aの内部空間3・4側の温度を常に完全に前記限界着火温度以下の値に保持することは、現実にはなかなか困難なことであり、入口側炉本体部材1や出口側炉本体部材2等の内壁面の温度が、何等かの原因で局所的に限界着火温度以上に上昇することがある。

【0007】尚、万一、前記入口側炉本体部材1や出口側炉本体部材2の内壁面温度が局所的に限界着火温度以上に上昇したとしても、常に O_2 と H_1 との爆発的な燃焼反応が起って逆火を生ずるとは限らず、一般的には着火や逆火を生じないケースが多いが、混合ガスG内の H_1 濃度が特に高い場合には、稀に H_1 への着火或いは逆火を生ずることがある。

【0008】前記 H_1 への着火や逆火を生ずる原因、即ち両炉本体部材1・2や金属フィルター7等の局所的で且つ急激な温度上昇を生ずる原因は、不明であって未だ十分にその原因は特定されていない。しかし、本願発明者等はこれまでの水分発生用反応炉の製造並びに使用の経験からして、反応炉本体Aを構成する入口側炉本体部材1の内壁面(ガス供給口1a側の炉本体部材の内壁面)や入口側反射体5、出口側反射体12、金属フィルター7等の外表面の金属触媒作用により、混合ガスG内の H_1 と O_2 が活性化され、前記内壁面等に局所的で且つ急激な温度上昇を生じたことが、 H_1 への着火の第1原因であると想定している。

【0009】即ち、入口側炉本体部材1や両反射体5・12、金属フィルター7等は全てステンレス鋼(SUS316L)により形成されている。そして、これ等各部材の外表面は、通常自然に形成された各種金属の酸化皮膜や不動態皮膜によって覆われており、これによって

ステンレス鋼外表面が本来保持している所謂触媒活性は、抑制されている。ところが、約450℃～500℃程度的高温下で H_1 濃度の高い混合ガスG中に、前記酸化皮膜や不動態皮膜が長時間晒されると、酸化皮膜等がステンレス鋼表面から剥離脱落あるいは還元されて金属外表面が局所的に露出される。その結果、ステンレス鋼外表面の金属触媒活性が発揮され、 O_2 と H_1 との反応が局所的に急速且つ高密度で進行し、これによって反応炉本体Aの内部空間3・4内の白金コーティング触媒層8を設けた部分以外の局所の表面温度が、 H_1 (又は H_2 含有ガス)の着火限界温度以上に上昇したものと想定される。

【0010】一方、一般的に出口側反応炉本体2の白金コーティング触媒層8を設けた内壁面の温度は、本体2の中心部ほど高温になり易く、特に、 N_2 希釈等により混合ガスGの流速及び流量を増して使用する場合には、出口側反射体12の外周から中心寄りの部分の温度が一層上昇することが判っている。従って、もしも着火又は逆火を生ずる原因が白金コーティング触媒層8を設けた出口側炉本体部材2の内壁面側にあるとすれば、それは、出口側反射体12の外周縁部と対向する白金コーティング触媒層8の部分に於いて、隙間L内への混合ガスGの流入量が急増することにより H_1 と O_2 との反応がより活発となり、これによって内壁面の温度が局所的に急上昇して限界着火温度に達し、 H_1 への着火や或いは白金コーティング触媒層8の部分剥離を生じたものと想定される。

【0011】尚、前記反応炉本体Aの内部空間3・4内の局所的な温度上昇を防止するためには、反応炉本体A自体を大形化してその熱容量を増大させると共に、放熱又は冷却装置を設けて反応炉本体Aの冷却性能の強化を図るのが通常の方策である。しかし、半導体製造装置は一般にクリーンルーム内に設置されるものであり、その設置スペースを大きく取ることは困難である。そのため、半導体製造装置に付随する水分発生用反応炉もその小型化に対する要求が特に厳しく、反応炉本体Aの大型化や冷却装置の増強を以って、上述の如き水分発生用反応炉の内部に於ける局所的な温度上昇や温度上昇による白金コーティング触媒層8の剥離を防止しようとする方策は、現実的に採用が不可能な状態にある。

【0012】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従前の水分発生用反応炉に於ける上述のような問題、即ち反応炉本体Aを構成する入口側及び出口側炉本体部材1・2の内部空間内の温度を H_1 又は H_2 含有ガスの限界着火温度よりも相当に低い温度に保持していても、 H_1 濃度の高い混合ガスを使用している場合には、水分の発生中に H_1 への着火又は逆火や白金コーティング触媒層8の部分剥離を生ずることがあると云う問題を解決せんとするものであり、反応炉本体Aを大形化してその熱容量の

10

20

30

40

50

増大を図ったり、或いは反応炉本体Aの冷却装置を大形化してその冷能力を大幅に高めるような方策によらず、極く小形の水分発生用反応炉でもって反応炉内の構造を改変することにより、水分発生用反応炉の運転中に於けるH₂への着火や逆火、白金コーティング触媒層8の剥離の発生を完全に防止できるようにした、水分発生用反応炉を提供するものである。

【0013】

【課題を解決するための手段】本願発明者等は、従前の水分発生用反応炉に於けるH₂への着火や逆火の発生原因を究明する過程を通して、前記着火や逆火を生ずる原因が「反応炉本体の内部空間側の金属外表面に形成されていた酸化物皮膜等の剥離脱落により、金属表面の触媒活性が発揮され、この金属表面の触媒活性によってO₂とH₂の反応が局部的に急激にしかも高密度で進行し、金属表面の温度が部分的にH₂含有ガスの限界着火温度以上に上昇したことによるか、又は出口側反射体12の外周縁部近傍と対向する位置の白金コーティング触媒層8の温度が、局部的に限界着火温度以上に上昇したことによる。」ことを、知得した。

【0014】本発明は、本願発明者等の上記知得に基づいて創作されたものであり、請求項1に記載の発明は、ガス供給口を有する入口側炉本体部材と、水分ガス出口を有する出口側炉本体部材とを対向状に組合せ溶接して形成した反応炉本体の内部空間内にガス供給口と対向状に配設した入口側反射体と、前記内部空間内に水分ガス出口と対向状に配設した出口側反射体と、前記出口側炉本体部材の内壁面に形成した白金コーティング触媒層とから形成され、ガス供給口から反応炉本体の内部空間内へ供給した水素と酸素を前記白金コーティング皮膜に接触させてその反応性を活性化させることにより、水素と酸素を非燃焼の状態で反応させて水を発生させる構成としたことを発明の基本構成とするものである。

【0015】請求項2に記載の発明は、請求項1の発明に於いて、入口側炉本体部材及び出口側炉本体部材の内壁面に底面が平面状の窪部を形成すると共に、前記入口側反射体及び出口側反射体の外周端縁部の炉本体部材の底面と対向する側にテーパー部を形成し、入口側反射体及び出口側反射体を入口側炉本体部材及び出口側炉本体部材へ夫々の底面と隙間を保持した状態で固定するようにしたものである。

【0016】請求項3に記載の発明は、請求項1又は請求項2の発明に於いて、前記入口側炉本体部材と入口側反射体と出口側反射体とを非触媒性の材質から形成するようにしたものである。

【0017】請求項4に記載の発明は、請求項1、請求項2又は請求項3の発明に於いて、前記反応炉本体の内部空間内の白金コーティング触媒層を設けた部分を除くその他の部分に、非触媒性のバリアー皮膜を形成するようにしたものである。

【0018】請求項5に記載の発明は、請求項4の発明に於いて、バリアー皮膜をTiN、TiC、TiCN、TiAlN、Al₂O₃、Cr₂O₃、SiO₂、CrNの中の何れかから成るバリアー皮膜としたものである。

【0019】請求項6の発明は、ガス供給口を有する入口側炉本体部材と、水分ガス出口口を有する出口側炉本体部材と、前記入口側炉本体部材と出口側炉本体部材とを対向状に組合せ溶接して形成した反応炉本体の内部空間内にガス供給口と対向状に配設した反射体と、前記出口側炉本体部材の内壁面に形成した白金コーティング触媒層とから形成され、ガス供給口から反応炉本体の内部空間内へ供給した水素と酸素を前記白金コーティング皮膜に接触させてその反応性を活性化させることにより、水素と酸素を非燃焼の状態で反応させて水を発生させる構成としたことを発明の基本構成とするものである。

【0020】請求項7の発明は、請求項6の発明に於いて、入口側炉本体部材及び出口側炉本体部材の内壁面に底面が平面状の窪部を形成し、また、前記反射体の外径を窪部の内径より僅かに小さくすると共に、外周端縁部の出口側炉本体部材の底面と対向する側にテーパー部を形成し、更に、反射体を出口側炉本体部材へその底面と隙間を保持した状態で固定するようにしたものである。

【0021】請求項8の発明は、請求項6又は請求項7の発明に於いて、前記入口側炉本体部材と反射体とを非触媒性の材質から形成するようにしたものである。

【0022】請求項9の発明は、請求項6、請求項7、又は請求項8の発明に於いて、反応炉本体の内部空間内の白金コーティング触媒層を設けた部分を除くその他の部分に、非触媒性のバリアー皮膜を形成するようにしたものである。

【0023】請求項10の発明は、請求項8又は請求項9の発明に於いて、バリアー皮膜をTiN、TiC、TiCN、TiAlN、Al₂O₃、Cr₂O₃、SiO₂、CrNの中の何れかから成るバリアー皮膜としたものである。

【0024】

【発明の実施の形態】以下、図面に基づいて本発明の実施の形態を説明する。図1は本発明の第1実施形態に係る水分発生用反応炉の断面図である。図1に於いてAは反応炉本体、Vは内部空間、Lは隙間、Tは入口側炉本体部材、1aはガス供給口、2は出口側炉本体部材、2aは水分ガス出口、5は入口側反射体、12は出口側反射体、8は白金コーティング触媒層、8aはバリアー皮膜、8bは白金コーティング皮膜、9・10・11はバリアー皮膜である。尚、図では省略されているが、固定ボルト13・14及びスペーサー13a・14aの外表面にもバリアー皮膜が形成されている。

【0025】本発明に係る水分発生用反応炉本体Aはステンレス鋼（SUS316L）製の入口側炉本体部材1

と出口側炉本体部材2とを気密状に連結することにより、円形の中空ディスク状に形成されている。前記入口側炉本体部材1には、その内部に底面が平面状の窪部が設けられており、ガス供給口1aが窪部内へ連通されている。また、出口側炉本体部材2には、内部に底面が平面状の窪部が設けられており、水分ガス取出口2aが窪部内へ連通されている。更に、両本体部材1・2の内側外周端面にはフランジ体が夫々形成されており、両フランジ体を気密状に溶接15することにより、水分発生用反応炉本体Aが構成されている。尚、本実施形態では、両炉本体部材1・2の窪部の底面を平面状としているが、これを球面状の底面としてもよいことは勿論である。

【0026】前記入口側反射体5は円形の盤状体であり、その中心点を入口側炉本体部材1のガス供給口1aと対向するように位置せしめ、炉本体部材1の底面との間に隙間Lを有して固定用ボルト14により炉本体部材1へ固定されている。尚、当該入口側反射体5はステンレス鋼(SUS316L)製であり、その直径は窪部の内径よりもやや小径に設定されている。同様に、前記出口側反射体12は、入口側反射体5とほぼ同形状に形成されており、その中心点を出口側炉本体部材2の水分ガス取出口2aと対向するように位置せしめ炉本体部材2との間に隙間Lを有して固定用ボルト13により炉本体部材2へ固定されている。

【0027】尚、入口側反射体5及び出口側反射体12の各炉本体部材1・2と対向する側の外周縁部は、図1に示すように適宜の傾斜角 α のテーパ面に仕上げられている。入口側反射体5にあっては、当該傾斜角 α を設けることにより、ガス供給口1aより流入した混合ガスGが円滑に内部空間V内へ拡散された状態で放出されるからであり、また出口側反射体12にあっては、反射体12と白金コーティング触媒層8との距離が一定である場合には、反射体の外周端と対向する部分の白金コーティング触媒層8の近傍に発熱が集中するため、隙間Lを徐々に狭くなる形態とすることにより前記局部的に集中する発熱が防止されるからである。又、本実施形態では両反射体5・12を固定ボルト13・14により固定するようにしているが、適宜の支持片(図示省略)を介して炉本体部材側へ夫々溶接により固定するようにしてもよい。尚、本実施形態では、固定ボルト13・14の頭部が締め込み後にスポット溶接され、所謂緩み止め処理が行なわれている。

【0028】ガス供給口1aを通して入口側反射体5へ向けて噴射されたガスは、反射体5の表面へ衝突したあと、隙間Lを通して矢印方向に噴射され、内部空間V内で拡散される。また、内部空間V内へ噴射されたガスは、白金コーティング触媒層8へ衝突接触し、これにより所謂触媒活性化されると共に、出口側反射体12と白金コーティング触媒層8との隙間Lを通して水分ガス取出口2aの方向に流入する。更に、前記白金コーティ

ング触媒層8への衝突接触や隙間Lを通過する間にこれと接触することにより活性化されたH₂とO₂とは、所謂非燃焼の状態で反応をし、水が生成される。そして、生成された水分ガスは、出口側反射体12と白金コーティング触媒層8との隙間Lを通して水分ガス取出口2aへ導出されて行く。

【0029】前記白金コーティング触媒層8はSUS316L製の出口側炉本体部材2の内表面の全域に形成されており、図2に示す如く炉本体部材2の内表面にTiN製のバリアー皮膜8aを形成したあと、当該バリアー皮膜8aの上に白金コーティング皮膜8bが形成されており、前記バリアー皮膜8aと白金コーティング皮膜8bとによって本発明に係る白金コーティング触媒層8が構成されている。前記白金コーティング皮膜8bの厚さは0.1 μ m~3 μ m位いが適当であり、本実施態様に於いては約1 μ mの厚さの白金コーティング皮膜8bが形成されている。また、バリアー皮膜8aの厚さは0.1 μ m~5 μ m程度が最適であり、本実施態様では約2 μ mの厚さのTiN製のバリアー皮膜が形成されている。

【0030】本発明の実施形態に於いては、白金コーティング触媒層8を形成する出口側炉本体部材2だけでなく、入口側炉本体部材1の内表面や両反射体5・12の外表面にもTiN製のバリアー皮膜9・10・11が形成されている。図3は入口側炉本体部材1の内表面のバリアー皮膜9の形成状態を示すものである。即ち、各バリアー皮膜8a・9・10・11の形成に際しては、先ず、出口側炉本体部材2等の内表面に適宜の表面処理を施し、ステンレス鋼表面に自然形成されている各種金属の酸化膜や不動態膜を除去する。次に各部材にTiNによるバリアー皮膜8a・9・10・11の形成を行なう。本実施態様に於いてはイオンプレーティング工法により厚さ約2 μ mのTiN製バリアー皮膜8a・9・10・11を形成している。

【0031】前記バリアー皮膜8a・9・10・11の材質としてはTiNの外にTiC、TiCN、TiAlN等を使用することが可能である。非触媒性であり、しかも耐還元性及び酸化性に優れているからである。また、バリアー皮膜8a・9・10・11の厚さは前述の通り0.1 μ m~5 μ m程度が適当である。何故なら、厚さが0.1 μ m以下であると、バリアー機能が十分に発揮されず、また逆に、厚さが5 μ mを超えるとバリアー皮膜そのものの形成に手数がかかるうえ、加熱時の膨張差等が原因となってバリアー皮膜の剥離等を生ずる虞れがあるからである。更に、バリアー皮膜の形成方法としては、前記イオンプレーティング工法以外に、イオンスパッタリング法や真空蒸着法等のPVD法や化学蒸着法(CVD法)、ホットプレス法、溶射法等を用いることも可能である。

【0032】前記出口側炉本体部材2の方は、バリアー

皮膜8aの形成が終わると、引き続きその上に白金コーティング皮膜8bを形成する。本実施形態に於いては、イオンプレーティング工法により厚さ約1 μ mの白金コーティング皮膜8bを形成している。前記白金コーティング皮膜8bの厚さは0.1 μ m~3 μ m程度が適当である。何故なら、厚さが0.1 μ m以下の場合には、長期に亘って触媒活性を発揮することが困難となり、また逆に、厚さが3 μ m以上になると、白金コーティング皮膜8bの形成費が高騰するうえ、3 μ m以上の厚さにしても触媒活性度やその保持期間にほとんど差がなく、しかも加熱時に膨張差等によって剥離を生ずる虞れがあるからである。また、白金コーティング皮膜8bの形成方法は、イオンプレーティング工法以外にイオンスパッタリング法、真空蒸着法、化学蒸着法、ホットプレス法等が使用可能であり、更に、バリアー皮膜8aがTiN等の導電性のある物質の時にはメッキ法も使用可能である。

【0033】上記図1乃至図3に示した本発明の第1実施形態に於いて、入口側炉本体部材1の内表面や入口側反射体5の外表面、出口側反射体12の外表面に夫々バリアー皮膜9・10・11を形成するのは、前述の通り、各部材1・5・12の金属外表面が触媒作用の機能を果さないようにするためである。このような観点からすれば、入口側炉本体部材1、入口側反射体5及び出口側反射体12等を非触媒性で且つ耐還元性を有する材質で形成するようにしてもよい。

【0034】次に、本発明の第2実施形態に係る水分発生用反応炉を説明する。当該第2実施形態に於いては、図1に示した第1実施形態における入口側炉本体1と両反射体5・12を形成する素材に、例えば鉄-クロム-アルミ合金やアルミ合金等のH₂やO₂に対して所謂触媒活性を有しない材質の素材が使用されている。従って、白金コーティング触媒層8を設けた部分以外では、H₂やO₂が水分の発生中に活性化されることは無く、O₂とH₂の反応による局所的な温度上昇も起らない。

【0035】尚、当該第2実施形態の一例として、入口側及び出口側反射体5・12は、厚さ約2mmの鉄-クロム-アルミ合金を用いて円形に形成されている。また、入口側反射体5及び出口側反射体12は、入口側炉本体部材1のガス供給口1a及び出口側炉本体部材2の水分ガス出口口2aを中心としてこれに対向状に配置され、約1mmの隙間Lを保持した状態で取付ボルト13・14により、各炉本体部材1・2の内側面へ固定されている。

【0036】入口側炉本体部材1や両反射体5・12、にステンレス鋼やニッケル合金鋼、ニッケル鋼以外の金属表面の触媒活性を有しない金属（例えば鉄-クロム-アルミ合金）を使用した場合には、これ等の外表面に内部ガスや内部金属組成材の外部への放出を防止するための適宜の表面処理を施す方が望ましい。また、前記表面

処理としては、例えば図1の第1実施形態に於いて使用したTiN等の非触媒性であり且つ耐食性、耐還元性及び耐酸化性に優れたバリアー皮膜を形成するようにしてもよい。

【0037】図4は本発明の第3実施形態に係る水分発生用反応炉の縦断面図を示すものである。当該第2実施形態に於いては、反応炉本体Aの内部空間V内に厚板状の1枚の反射体17が、ボルト13・14によって出口側炉本体部材2側に固定されており、1枚の反射体17を用いた点を除いて、その他の構成は図1に示した第1実施形態の場合とほぼ同一である。

【0038】当該図4に於いて、18はシース型温度計の取付用孔であり、入口側炉本体部材1内へシース型温度計（図示省略）が挿入されている。また、図4に於いて8は白金コーティング触媒層であり、出口側炉本体部材2の内壁面に形成されている。更に、入口側炉本体部材1及び反射体17等の外表面には、TiN等のバリアー皮膜9・19が形成されている。尚、図4では、入口側炉本体部材1の内壁面をTiN等のバリアー皮膜9でコーティングしているが、その上に白金コーティング皮膜8bを形成して、白金コーティング触媒層8にすることも可能である。

【0039】前記反射体17は比較的厚さの大きな材料でもって、内部空間Vの内径より僅かに小さな外形を有する円盤形に形成されており、その外周端部の出口側炉本体部材2の内壁面に対向する側面は、角度 α のテーパ面に形成されている。尚、図4に於いては炉本体部材1・2及び反射体17をステンレス鋼により形成し、入口側炉本体部材1の内壁面と反射体17の外表面にバリアー皮膜9・19を形成するようにしているが、入口側炉本体部材1及び反射体17を非触媒性で耐還元性の素材でもって形成してもよいことは、前記第2実施形態の場合と同じである。

【0040】当該第3実施形態の反応炉本体Aでは、H₂ガスへの着火や逆火を完全に防止することができるだけでなく、反射体17の熱容量が大きくなることにより、白金コーティング触媒層8の中央部分の過度な温度上昇をより有効に防止することができるうえ、反応炉本体Aの内部空間の容積（即ち、デッドゾーン）の減少を図ることができる好都合である。

【0041】

【実施例1】図1の第1実施形態に於いて、反応炉本体Aの外径114mm ϕ 、厚さ34mm ϕ 、内部空間Vの厚さ14mm、内部空間Vの内径108mm ϕ 、入口側反射体5及び出口側反射体12の外径80mm ϕ 、厚さ2mm、隙間Lの大きさ1mm、テーパ面の長さ10mm、白金コーティング触媒層8（TiNバリアー皮膜5 μ m+Ptコーティング皮膜0.3 μ m）、入口側炉本体部材1及び両反射体5・12のバリアー皮膜9・19をTiN（5 μ m）と夫々した、H₂20%リッチの混

合ガスGを原料とし、且つシース型温度計（図示省略）の温度（合計4ヶ所）が450℃～500℃の条件下で100時間以上の連続水分発生（水分発生量1000 sccm）を行ったが、H₂ガスへの着火や逆火は及び白金コーティング触媒層8の剥離等は皆無であった。

【0042】

【実施例2】図4の第3実施形態に於いて反応炉本体Aの外径114mmφ、厚さ30mm、内部空間Vの厚さ10mm、内部空間Vの内径108mmφ、反射体17の厚さ6mm、外径102mmφ、出口側炉本体部材2との隙間L1mm、入口側炉本体部材1との間隔3mm、テーバー面の長さ約21mm（テーバー角 $\alpha=8^\circ$ ）、白金コーティング触媒層8（TiNバリアー皮膜8a5 μm +Ptコーティング皮膜8b0.3 μm ）、入口側炉本体部材1の内壁面及び反射体17の外表面のバリアー皮膜9・19をTiN（5 μm ）と夫々した。前記実施例1の場合とほぼ同一条件下で連続水分発生試験を行ったが、H₂ガスへの着火や逆火、白金コーティング触媒層8の剥離等は第1実施例の場合と同様に皆無であった。

【0043】

【発明の効果】請求項1の発明に於いては、反応炉本体の内部空間内の白金コーティング触媒層を形成した以外の部分を、非触媒性で且つ耐還元性、耐酸化性に優れたバリアー皮膜で覆う構成としているため、水分発生炉の運転中に触媒作用を有する生の金属表面が露出することはない。その結果、H₂濃度の高い混合ガスを用いて、長期に亘って水分発生を行なっても、前記白金コーティング触媒層以外の部分の金属表面の触媒作用によってO₂とH₂が局部的に激しく反応することが皆無となり、これによって従前のようなH₂への着火や逆火の発生がより完全に防止される。

【0044】また、反応炉本体Aの内部空間内には二枚の反射体のみを配設し、従前の如き金属フィルターを除く構成としているため、前記入口側及び出口側の反射体の外径及び厚みを比較的大きくすることができる。その結果、触媒中心部の温度上昇を有効に防止ことができ、白金コーティング触媒層の局所的な剥離を皆無にすることができる。

【0045】更に、請求項4の発明に於いては、反応炉本体を形成する部材のうち、白金コーティング触媒層を設けた部材以外のものを、非触媒性で且つ耐還元性及び耐酸化性に優れた材質の素材をもって形成するようにしているため、白金コーティング触媒層以外の部分の金属

表面の触媒作用が起因となってH₂への着火や逆火が発生することが皆無となり、水分発生用反応炉の安全性が大幅に向上する。

【0046】加えて、請求項6の発明に於いては、反応炉本体Aの内部空間内に、外径が内部空間の内径より僅かに小さく、且つ厚みの比較的大きな一枚の反射体のみを配設するようにしているため、第1実施形態や第2実施形態の場合と同様にH₂ガスへの着火や逆火が防止できるだけでなく、反射体の熱容量が大きくなることにより、白金コーティング触媒層の中心部分の温度上昇を有効に防止することができる。また、反応炉本体Aの内部空間のデッドスペースをより少なくでき、反応炉のガス置換性が容易となるので希釈ガスを用いた少流量の水分発生が可能となると共に、反応炉本体Aの一層の小形化が可能となる。本発明は上述の通り優れた実用的効用を奏するものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1実施形態に係る水分発生用反応炉本体の縦断面図である。

【図2】白金コーティング皮膜の形成状態を示す部分縦断面図である。

【図3】バリアー皮膜の形成状態を示す部分縦断面図である。

【図4】本発明の第3実施形態に係る水分発生用反応炉本体の縦断面図である。

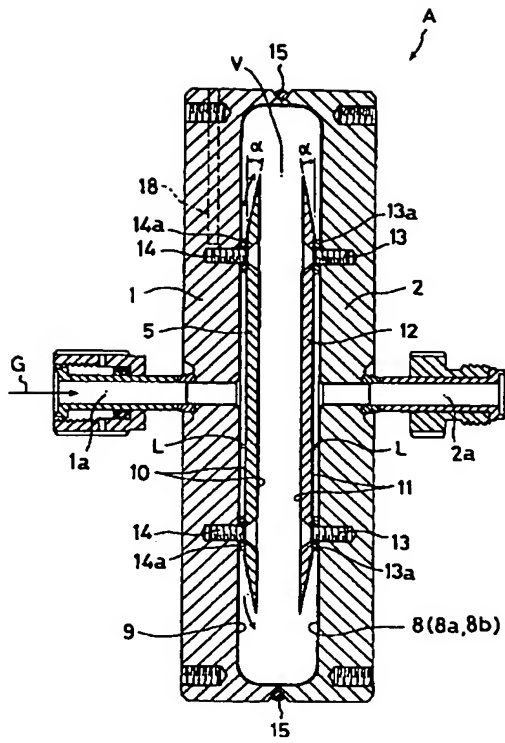
【図5】従前の水分発生用反応炉本体の縦断面図である。

【図6】図5の白金コーティング皮膜層の形成状態を示す縦断面図である。

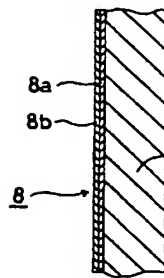
【符号の説明】

Aは反応炉本体、H₂は水素ガス、O₂は酸素ガス、Gは混合ガス、Lは隙間、Vは内部空間、 α は反射体外周縁部のテーバー角、1は入口側炉本体部材、1aはガス供給口、1bは接続用金具、2は出口側炉本体部材、2aは水分ガス取出口、2bは接続用金具、5は入口側反射体、12は出口側反射体、8は白金コーティング触媒層、8aはバリアー皮膜、8bは白金コーティング皮膜、9は入口側炉本体部材内壁面のバリアー皮膜、10は入口側反射体外表面のバリアー皮膜、11は出口側反射体外表面のバリアー皮膜、13・14は固定ボルト、15は溶接部、16は取付用ボルト孔、17は反射体、18はシース型温度計の取付孔、19は反射体外表面のバリアー皮膜。

【図1】



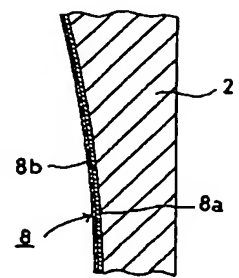
【図2】



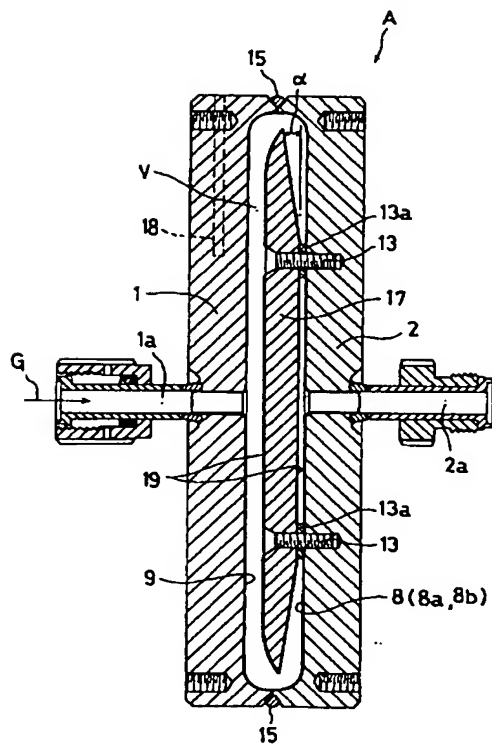
【図3】



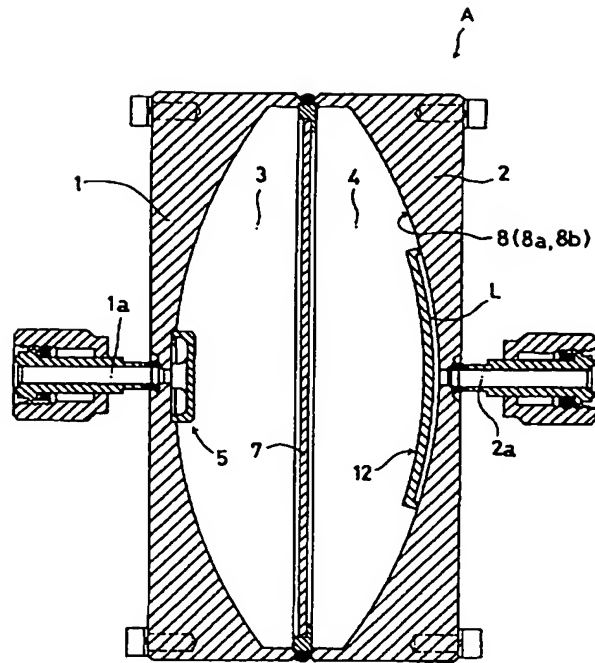
【図6】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(72)発明者 池田 信一
大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号
株式会社フジキン内

(72)発明者 川田 幸司
大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号
株式会社フジキン内

(72)発明者 森本 明弘
大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号
株式会社フジキン内

(72)発明者 皆見 幸男
大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号
株式会社フジキン内

(72)発明者 マノハル・L・シュレスト
大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号
株式会社フジキン内

(72)発明者 坪田 憲士
大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号
株式会社フジキン内

(72)発明者 本井傳 晃央
大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号
株式会社フジキン内

(72)発明者 平井 暢
大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号
株式会社フジキン内

(72)発明者 米華 克典
大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号
株式会社フジキン内

F ターム(参考) 4G069 AA03 AA15 BA01A BA02A
BB11A BB11B BB15A BC16A
BC50A BC50B BC58A BC75A
BC75B CB81 EB15Y FB02
FB03 FB79
5F045 AA20 AB32 AB37 AB40 AC11
EB02 EB03 EC05
5F058 BC02 BF63 BG01 BG02 BJ01